

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭62-11521

⑬ Int. Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和62年(1987)1月20日

B 01 D 39/14

C-8314-4D

13/00

M-8014-4D

27/06

2126-4D

// B 32 B 5/24

1 0 1

7310-4F

審査請求 未請求 発明の数 1 (全5頁)

⑮ 発明の名称 カートリッジ型マイクロフィルターの製造方法

⑯ 特 願 昭60-150585

⑰ 出 願 昭60(1985)7月9日

⑱ 発 明 者 佐々木 純

南足柄市中沼210番地

富士写真フイルム株式会社内

⑲ 発 明 者 成 尾 匡 一

南足柄市中沼210番地

富士写真フイルム株式会社内

⑳ 出 願 人 富士写真フイルム株式  
会社

南足柄市中沼210番地

㉑ 代 理 人 弁理士 滝田 清暉

#### 明細書

##### 1. 発明の名称

カートリッジ型マイクロフィルターの製造方法

##### 2. 特許請求の範囲

1) 2枚の不織布の間に微孔性膜を挟みブリーツ加工するカートリッジ型マイクロフィルターの製造方法において、該微孔性膜を、少なくとも一方の不織布より幅広とすることにより、ブリーツ加工の端面で該微孔性膜を少なくとも一方の不織布の端部からはみ出させることを特徴とするカートリッジ型マイクロフィルターの製造方法。

2) ブリーツ加工した後に、少なくとも一方の不織布から微孔性膜がはみ出ている状態で少なくとも一方の不織布がシールされるように、カートリッジエンドキャップにシール加工することを中心とする特許請求の範囲第1項に記載のカートリッジ型マイクロフィルターの製造方法。

##### 3. 発明の詳細な説明

###### (産業上の利用分野)

本発明は液体の精密濾過に使用されるマイクロ

フィルターの製造方法に関する。更に詳しくは、本発明は特に信頼性の高いカートリッジ型マイクロフィルターを製造する方法に関する。

###### (従来の技術)

微孔性膜は古くから知られており、(たとえばアール・ケスティング(R. Kesting)著シンセティック・ポリマー・メンブラン(Synthetic Polymer Membrane)マグローヒル社(McGraw Hill社)発行)濾過用フィルターなどに広く利用されている。微孔性膜は、たとえば米国特許1,421,341号、同3,133,132号、同2,944,017号、特公昭43-15698号、特公昭45-33313号、同48-39586号、同48-40050号などに記載されているように、セルローズエステルを原料として製造されるもの、米国特許2,783,894号、同3,408,315号、同4,340,479号、同4,340,480号、同4,450,126号ドイツ特許DE3,138,525号、特開昭58-

BEST AVAILABLE COPY

37842号などに記載されているように脂肪族ポリアミドを原料として製造されるもの、米国特許4,196,070号、同4,340,482号、特開昭55-99934号、特開昭58-91732号などに記載されているようにポリフルオロカーボンを原料として製造されるもの、特開昭56-154051号、特開昭56-86941号、特開昭56-12640号などに記載されているポリスルホンを原料とするもの、ドイツ特許OLS3,003,400号などに記載されているポリプロピレンを原料とするものなどがある。これら微孔性膜は電子工業用洗浄水、医薬用水、医薬製造工程用水、食品水等の濾過、滅菌に用いられ近年その用途と使用量は拡大しており、特に粒子捕捉の点から信頼性の高い微孔性膜が注目され多用されている。

特に、濾過流量を大きくすると同時に取扱を容易にするために、濾過膜をブリーツ加工して一定の容積のカートリッジ中に収めたカートリッジ型フィルターも知られている。この場合、屈曲強度

の小さな濾過膜を使用した場合には、ブリーツ加工時に破損を生じ精密濾過膜としての機能を失する。かかる不都合を改善するために、従来の、濾過膜を補強し、併せて濾過膜面の接触を防止するスペーサの役割をさせるために、濾過膜の両面を不織布によって又は、ポリマーで形成されたネットによってはさみ（例えば、特開昭60-58208）、得られたサンドイッチ型の微孔性膜をブリーツ加工することが行われている。

（発明が解決しようとする問題点）

しかしながら、このように不織布等によって微孔性膜を保護・強化した場合には、間に挟まれている微孔性膜の端部を確認することが困難となるので、屢ブリーツ加工後の端部は不織布だけとなり、間に存在するはずの微孔性膜が欠落している場合が生ずる。このような場合にシール加工をしても、シール剤やモールドプラスチックが微孔性膜に到達せず、従って、濾過液の上流側と下流側の濾過面以外の密封性が実質的になくなる場合を生ずる。このことを知らずに使用した場合には、

濾過が不完全となったりブリーツ加工した端面にモールドしたキャップ（これをエンドキャップと称する）から液体が漏れるという不都合があった。

本発明者等は、従来のかかる欠点を解決すべく鋭意研究の結果、不織布の間に挟む微孔性膜を不織布より幅広とすることにより、濾過面以外の密封性が極めて良好となることを見出し、本発明に到達した。

従って、本発明の第1の目的はカートリッジ型マイクロフィルターの濾過面以外の密封を完全にするための簡便な方法を提供することにある。

本発明の第2の目的は、濾過面以外の密封が完全なカートリッジ型マイクロフィルターを製造するに適した、微孔性膜を有する基材を提供することにある。

（問題を解決するための手段）

本発明の上記の諸目的は、2枚の不織布の間に微孔性膜を挟みブリーツ加工するカートリッジ型マイクロフィルターの製造方法において、該微孔性膜を、少なくとも一方の不織布より幅広とするこ

とにより、ブリーツ加工の端面で該微孔性膜を少なくとも一方の不織布の端部からはみ出させることを特徴とするカートリッジ型マイクロフィルターの製造方法によって達成された。

本発明で使用するこのできる微孔性膜には、ポリ弗化ビニリデン、ポリテトラフルオロエチレンの如き弗系樹脂、ポリスルホン、ポリエーテルスルホン、脂肪族ポリアミド、セルローズエステル、ポリプロピレン、ポリイミド等の公知のポリマーを単独又は混合して原料とすることができる。微孔性膜の製造は、上記ポリマーを①良溶媒、②良溶媒と非溶媒の混合溶媒又は③ポリマーに対する溶解性の程度が異なる複数種の溶媒の混合したものに溶解して製膜原液を作製し、これを支持体上に、又は直接凝固液中に流延し洗浄、乾燥して行う。この場合に、ポリマーを溶解する溶媒の一例としては、ジクロロメタン、アセトン、ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミド、ジメチルスルホキシド、2-ピロリドン、N-メチル-2-ピロリドン、スルホラン、ヘキサメチルホ

スホルアミド等を挙げることができる。

上記溶媒に添加する非溶媒の一例としては、セロソルブ類、メタノール、エタノール、プロパノール、アセトン、テトラヒドロフラン、ポリエチレングリコール、グリセリン等が挙げられる。非溶媒の良溶媒に対する割合は、混合液が均一状態を保てる範囲ならばいかなる範囲でもよいが、5重量%～50重量%が好ましい。

又、多孔構造を制御するものとして膨潤剤と称される無機電解質、有機電解質、高分子電解質等を加えることもできる。

本発明で使用するこのできる電解質としては、食塩、硝酸ナトリウム、硝酸カリウム、硫酸ナトリウム、塩化亜鉛等の無機酸の金属塩、酢酸ナトリウム、ギ酸ナトリウム等の有機酸の金属塩、ポリスチレンスルホン酸ナトリウム、ポリビニルピロリドン、ポリビニルベンジルトリメチルアンモニウムクロライド等の高分子電解質、ジオクチルスルホコハク酸ナトリウム、アルキルメチルタウリン酸ナトリウム等のイオン系界面活性剤等が用

いられる。これらの電解質は、単独でポリマー溶液に加えてもある程度の効果を示すものであるが、これら電解質を水溶液として添加する場合には、特に顕著な効果を示すものである。電解質水溶液の添加量は添加によって溶液の均一性が失われることがない限り、特に制限はないが、通常溶媒に対して0.5容量%～10容量%である。又、電解質水溶液の濃度についても特に制限はなく、濃度の大きい方が効果が大きい、通常用いられる濃度としては1重量%～60重量%である。製膜原液としてのポリマー溶液の濃度は5～35重量%、好ましくは10～30重量%である。35重量%を超えると、得られる微孔性膜の透水性が実用的な意味を持たない程小さくなり又5重量%より低い濃度では十分な分離能を持った微孔性膜は得られない。

上記のようにして調整した製膜原液を支持体の上に流延し、流延直後或いは一定時間をおいて凝固液中に支持体ごとポリマー溶液膜を浸漬する。

凝固液としては、水が最も一般的に用いられる

が、ポリマーを溶解しない有機溶媒を用いても良く、又これら非溶媒を2種以上混合して用いても良い。

支持体としては、通常微孔性膜を製造する場合に支持体として使用できるものの中から任意に選択することができるが、特に不織布を使用した場合には支持体を剥がす必要がないので好ましい。本発明で使用するこのできる不織布はポリプロピレン、ポリエステル、等から成る一般的なものであり、材質の限定を受けるものではない。

凝固液中でポリマーが析出した流延膜はこの後水洗、温水洗、有機溶媒洗等を行い、乾燥する。

本発明においては、微孔性膜の両側を不織布で挟み微孔性膜を保護した濾材とする。次に、この濾材全体をブリーツ加工して、公知の方法でカートリッジ型のマイクロフィルターを作製する。この場合、少なくとも一方の不織布、好ましくは上流側の不織布の面積を必ず微孔性膜の面積よりも小さくし、この不織布の端面から微孔性膜が飛び出

るようにする。

#### 〔作用〕

このようにすることによって、流体は微孔性膜を迂回することがなく、必ず微孔性膜を通して上流から下流に流れることになる。この場合不織布の端面をシールすれば、流体の上記迂回防止及び漏れ防止がより完全となる。シールは、ヒートシール又はポリマーの溶媒に接触させることによって、完全に微孔を封じて行われる。しかしながら、微孔性膜を両側の不織布の何れよりも長くした場合には、シール加工をしなくても微孔性膜を迂回して液体が上流から下流に流れることを略完全に防止することができるので好ましい。勿論この場合でも不織布の端面をシールすることは、より好ましい実施態様である。

微孔性膜を、それを挟む両側の不織布の何れの端面からみ出させる場合には、微孔性膜と不織布を夫々独立に用意した後を重ね合わせる必要がある。従って使用状態に至る迄の工程が多い上、最終製品のみならず夫々の素材の品質管理も行わ

なければならないという煩雑さはあるが、濾材端面のシーリングを必ずしも必要としないという大きな利点がある。

一方、片側の不織布の端面より微孔性膜を飛び出させる場合には、不織布上に流延した微孔性膜に、微孔性膜より面積の小さい不織布をその端面から微孔性膜が飛び出すように、該微孔性膜上に重ねれば良い。この場合には、濾材端面をシールしないと液体が実質的に微孔性膜を迂回して上流から下流に流れたり、液漏れが発生するかも知れないという多少の不安が残るものの、微孔性膜を不織布支持体上に流延することができるという工程上の利点に加え、上記微孔性膜と支持体である不織布両者の密着性が良好であるので、機械的強度の点で優れているという大きな利点がある。

#### （発明の効果）

本発明の方法は、極めて簡便なものであるにもかかわらず、本発明の方法によって得られたカートリッジ型マイクロフィルターは、液体が微孔性膜を迂回する事がなく、エンドキャップからの液体

の漏れも防止されるので本発明によってマイクロフィルターの信頼性が大きく改善される。

以下本発明を実施例により更に詳述するが、本発明はこれによって限定されるものではない。

#### 実施例 1.

セルローストリアセテート 4 部、セルロースジアセテート 2 部、メチレンクロライド 50 部、メタノール 40 部、水 12 部より成る均一溶液を 0.8 mm 厚味にて不織布（東燃タビルス P 100 S W）上に流延し乾燥させ不織布上に微孔性膜を形成させた後、微孔性膜上に、更に微孔性膜より巾の狭い不織布をその端面から微孔性膜がはみ出るように重ね、ブリーツ加工をしてカートリッジ型マイクロフィルターを作製した。

又、ブリーツ加工時に、端面をメチレンクロライドに浸漬してポリマー孔を封じたカートリッジ型マイクロフィルターも作製した。これらのフィルターについてシュードモナスデミヌータ菌を用いて漏菌性を調べた結果を表 1 に示す。

表 1 漏菌件数 / 200 テスト

端面未加工	不織布と微孔性膜の端面をそろえた場合	4 件	比較例
	不織布より微孔性膜の端面を出した	1 件	本発明
端面加工	不織布より微孔性膜の端面を出した	0 件	本発明

これらの結果は本発明により、得られたフィルターの信頼性が改善されたことが実証された。

#### 実施例 2.

ポリスルホン（UCC 製 P 3500）20 部、ジメチルホルムアミド 75 部、塩化リチウム 5 部を不織布（日本バイリーン OR 520）に 0.5 mm 厚味に流延し、水 / メタノール = 1 / 3 の溶液中に浸漬し、ポリマー層を凝固させ不織布上に微孔性膜を形成させた後、微孔性膜上に、更に、微孔性膜より巾の狭い不織布を、その端面から微孔性膜がはみ出るようにして微孔性膜と重ね、ブ

リーツ加工をしてカートリッジ型マイクロフィルターを作製した。

又、ブリーツ加工時に、端面をヒートシールしたマイクロフィルターも作製した。

これらのマイクロフィルターについて、実施例 1. の場合と同様の漏菌性試験をして、表 2 の結果を得た。

表 2 漏菌件数 / 200 テスト

端面未加工	不織布と微孔性膜の端面をそろえた場合	4 件	比較例
	不織布より微孔性膜の端面を出した	0 件	本発明
端面加工	不織布より微孔性膜の端面を出した	0 件	本発明

本実施例によっても、本発明によって得られたフィルターの信頼性が改善されたことが実証された。

実施例 3.

実施例 1. 及び実施例 2. において製造した微孔性膜を、不織布のかわりにポリエチレンテレフタレートシート上に流延して製造し、得られた夫々の微孔性膜について、それらより面積の小さい不織布（日本バイリーンOR520）で両側を挟み、微孔性膜の端面が不織布の何れの端面よりも約5mm飛び出している状態としてからブリーツ加工をし、カートリッジ型マイクロフィルターを製作した。これらのマイクロフィルターにつき、実施例 1. と同様の漏菌テストをした結果、何れの場合もシール加工をしていないにもかかわらず漏菌件数は0であった。

これらの結果は、本発明が極めて簡便であるのにもかかわらず、カートリッジ型マイクロフィルターの信頼性を十分高めることができることを実証するものである。

特許出願人 富士写真フィルム株式会社

代理人 弁理士 滝田 清輝

BEST AVAILABLE COPY

**This Page Blank (uspto)**